

ĆWICZENIE 18.

EKSTRAKCJA JONÓW KADMU(II) Z WODY DO CHLOROFORMU PRZY ZASTOSOWANIU CHELATU WEWNĘTRZNEGO.

I. Wykonanie ćwiczenia.

Sporządzić 50 ml roztworu ditizonu w chloroformie o stężeniu 0.7 mg/ml (**roztwór 1**). Następnie przez rozcieńczenie chloroformem odpowiednich objętości roztworu 1 sporządzić: 20 ml roztworu o stężeniu 0.35 mg/ml (**roztwór 2**), 80 ml roztworu o stężeniu 0.175 mg/ml (**roztwór 3**), oraz 20 ml roztworu o stężeniu 0.0875 mg/ml (**roztwór 4**).

Do probówek ekstrakcyjnych przenieść odpowiednie, podane niżej objętości roztworów:

1. Do kalibrowanej probówki A 10 ml chloroformu i 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} oraz 1 ml wody - (**roztwór A**).
2. Do kalibrowanej probówki B 10 ml roztworu 1, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} i 1 ml wody - (**roztwór B**).
3. Do kalibrowanej probówki C 10 ml roztworu 2, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} i 1 ml wody – (**roztwór C**).
4. Do kalibrowanej probówki D 10 ml roztworu 3, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} i 1 ml wody – (**roztwór D**).
5. Do kalibrowanej probówki E 10 ml roztworu 4, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} i 1 ml wody – (**roztwór E**).
6. Do kalibrowanej probówki F 10 ml roztworu 3, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} , 0,05 ml roztworu HClO_4 o stęż. $2,0 \cdot 10^{-2}$ mol/l i 0,95 ml wody – (**roztwór F**).
7. Do kalibrowanej probówki G 10 ml roztworu 3, 10 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} i 1 ml roztworu HClO_4 o stęż. $2,0 \cdot 10^{-2}$ mol/l – (**roztwór G**).

Wszystkie probówki z roztworami wytrząsać energicznie przez 20 min., po czym pozostawić do rozdzielenia się faz. Z każdej probówki pobrać 6 ml fazy wodnej i przenieść do zlewki 25 ml posiadającej to samo oznaczenie, co probówka.

Do zlewek A, B, C, E dodać po 3 ml nasyconego roztworu siarczanu(IV) sodowego. Zlewki odstawić na 20 min. Po upływie tego czasu wykonać polarogramy roztworów.

Do zlewek D, F oraz G roztwór siarczanu(IV) sodu dodaje się po zmierzeniu odczynu roztworu – pH. W tym celu należy wykalibrować układ pomiarowy - pehametr plus elektroda (ogniwo) kombinowana na dwa roztwory buforowe o $\text{pH} = 7$ oraz $\text{pH} = 3$. Dokładnych wskázówek udzieli prowadzący zajęcia. Należy pamiętać o każdorazowym opłukaniu elektrody oraz wytarciu jej ligniną do sucha. Po przelaniu roztworu wodnego do zlewek pH odczytuje się bezpośrednio na mierniku, albo przelicza się ze skali potencjałowej na podstawie wykonanej krzywej kalibracyjnej. Zapisać wartości pH roztworów lub otrzymane wartości SEM.

Po zmierzeniu wartości pH roztworów do zlewek D, F oraz G dodać po 3 ml nasyconego roztworu siarczanu(IV) sodowego. Zlewki odstawić na 20 min. Po upływie tego czasu wykonać polarogramy roztworów.

Po przygotowaniu próbek do wykonania polarografii, sporządzić roztwór wzorcowy. W tym celu do zlewki, oznaczonej (**WZ**), wprowadzić 5,45 ml wyjściowego roztworu Cd^{+2} , a następnie dodać 0,55 ml wody oraz 3 ml nasyconego roztworu siarczanu(IV) sodowego. Po upływie 20 min. wykonać polarogram (**WZ**). W trakcie pomiaru zachować te same ustawienia na polarografie, co dla roztworów po ekstrakcji.